

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



[B] (11) KUULUTUSJULKAIKU
UTLÄGGNINGSSKRIFT 63614

C (45) Patentti myönnetty 11 07 1983
Patent meddelat
(51) Kv.Ik.³/Int.Cl.³ D 21 H 1/22

SUOMI-FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patentihakemus — Patentansökan	793370
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag	29.10.79
(23) Alkupäivä — Giltighetsdag	29.10.79
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig	01.05.80
(44) Nämävälkäspanon ja kuuljulkaisun pvm. — Ansökan uttagd och utskriften publicerad	31.03.83
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet Ranska-Frankrike(FR) 7830723 Toteennäytetty- Styrkt	30.10.78

(71) Omya S.A., 35 Quai André Citroën, F-75725 Paris, Ranska-Frankrike(FR)
(72) Pierre Delfosse, Paris, Ranska-Frankrike(FR),
Dieter Strauch, Zofingen, Sveitsi-Schweiz(CH)
(74) Leitzinger Oy
(54) Paperinsivelymassat, joilla on korkea kuiva-ainekonsentraatio -
Pappersbestrykningsmassor med hög torrsubstanskoncentration

Oheisen keksinnön kohteena on kaksi uutta paperinsivelymassaa,
joilla on korkea kuiva-ainekonsentraatio (high-solid-coatings).

Ilmaisulla "high-solid-coatings" tarkoitetaan paperinsivelymassoja,
joiden pigmenttikonsentraatio on yli 70 painoprosenttia, joita mas-
soja käytetään paperinsivelyletekniikassa.

"High-solid-coatings"-massat ovat tunnettuja. Tosin tunnettuja
"high-solid-coatings"-massoja ei käytännössä ole tuskin lainkaan
käytetty, koska niillä on merkittäviä haittoja, erityisesti liian
korkea viskositeetti. Sitä paitsi niiden käytössä esiintyy sively-
vaikeuksia. Nämä haitat voivat erityisesti johtua siitä, että
tähän mennessä näissä sivelymassoissa (päällystysmassoissa) käytetyt
pigmentit sisältävät liian suuren konsentraation erittäin hienoja
hiukkasia, so. pienempiä hiukkasia kuin 0,2 µm.

Siveltyjen paperien valmistamiseen tavallisilla päällystysseoksilla
vast. -massoilla kuivan pigmentin tavallisessa 58-60 % konsentraa-
tiossa käytetään yleensä pigmenttinä kaolinijauhetta, jolla on seura-

raavat ominaisuudet: Erinomainen valkoiseksi värijäävä kyky, suuri hienous (hiukkasista 80 % on pienempiä kuin 2 μm), suuri peittämiskyky, hyvä painettavuus kalanteroidulle tai kalanteroimattomalle kerrokselle.

Kaoliinin, jonka pinta/paksuus-suhde amerikkalaisessa kaoliinissa on 4 - 8:1 ja englantilaisessa kaoliinissa 14 - 20:1, lamellimaisella rakenteella on positiivinen vaikutus sivelyppaperin kilttoon.

Kaoliinin lisäksi käytetään kuitenkin myös muita pigmenttejä, kuten satiinivalkoista ja ennen kaikkea erilaatuisia luonnon kalsiumkarbonaatteja (liitu, kalsiitti (kalkkisälpä), marmori) tai teollisia kalsiumkarbonaatteja (saostettu kalsiumkarbonaatti, jota yleensä saadaan antamalla hiilidioksidin vaikuttaa kalkkimaitoon). Näillä pigmenteillä, jotka eivät ole kaoliinia, täytyy olla kaksi perus ominaisutta: Hyvä hienous (hiukkasista vähintään 70 % on oltava pienempiä kuin 2 μm) ja hyvä kyky värijätä valkoiseksi. Hienous ja kyky värijätä valkoiseksi eivät kuitenkaan vielä riitä antamaan sivelylle paperille tyydyttävää kiiltoa lopullisessa painatuksessa typografia- tai offsetmenetelmällä.

Sen vuoksi saattoi S R Dennison, Tappi 78 (Technical Association of Pulp and Paper Industry'n vuosikongressi) (sivut 95-103) tulla esitelmässään, jonka otsake oli "Le développement d'un carbonate de calcium fin pour le couchage du papier", tulla lopputulokseen. Selvää oli, että ei edes erittäin hienoa kalsiumkarbonaattia voida käyttää ainoana pigmenttinä kiiltävässä, sivellyssä paperissa. Tätä ei ole todellisuudessa koskaan odotettu".

Seuraavassa taulukossa on esitetty vertailutulokset, jotka tekniikan tasolla on saavutettu massoilla, jotka sisältävät 58 % kuiva-ainetta, nimittäin joko kaoliinia tai luonnon kalsiumkarbonaattia. Massa sisälsi ainesosina 100 paino-osaa pigmenttiä kohti 14 paino-osaa styreeniakrylaattilateksia ja 0,5 paino-osaa karboksimetyylisellulooa.

Taulukko 1

	Kaoliini	Kalsiumkarbonaatti		
		1	2	3
A/ - <u>Pigmenttien ja sivelymassan ominaisuudet</u>				
% alle 2 μm				
kaoliini	75	-	-	-
luonnon CaCO_3	-	90	89	70
Pigmentti (paino-osaa sivelymassassa)				
kaoliini	100	0	0	0
luonnon CaCO_3	0	100	100	100
Sivelymassan viskositeetti (mPas, 100 r/min)	00	200	200	160
<hr/>				
B/ - <u>Sivellvn paperin ominaisuudet</u>				
Tappi - kiilto (75° - 75°), % sen jälkeen, kun tasapainoitettu 50 % suht. ilmankosteudessa ja 23°C :ssa	51	31	35	24
superklanteri: 10 valssia 200 m/min				
viivapaine 1470 N/cm				
valssin lämpötila 60°C				
Tappi - painokiilto, % tasapainottamisen (kts. edellä) jälkeen	67	55	57	45
levitysmäärä: 1,2 g/ m^2 , punainen				

Tunnetaan myös sivelymassoja, jotka samanaikaisesti sisältävät kaoliinia ja kalsiumkarbonaattia ja joiden kalsiumkarbonaatti osaltaan parantaa tiettyjä paperin ominaisuuksia ja alentaa valmistuskustannuksia. Kuten odottaa saattaakin, karbonaattipitoisuuden kasvaessa huononee tunnetulla menetelmällä saadun sivellyn paperin kiilto. Käytännössä voidaan todeta, että kalsiumkarbonaatin suurin hyväksytävä määrä on 30 osaa 70 osaa kaoliinia kohti.

63614

Seuraavassa taulukossa 2 on esitetty ranskalaisen patenttijulkaisun 73 34 897 mukaisesti saadut tulokset käytettäessä erittäin hienoa CaCO_3 -pigmenttiä, jonka tilastollinen keskimääräinen halkaisija on $0,5 - 0,9 \mu\text{m}$ ja ominaispinta-ala $12 \text{ m}^2/\text{g}$, kaoliinin käyttöön verrattuna. Päällystys tapahtuu raakelilla, määrä 12 g/m^2 , nopeus 800 m/min , minkä jälkeen kalanteroidaan 12 valssia sisältävällä koneella.

Taulukko 2

Näyte n:o	1	2	3	4	5
<u>A/ - Päälystysmassan koostumus</u>					
kaoliini, painoprosenttia	100	0	0	70	70
luonnon kalsiumkarbonaatti, painoprosenttia (hiukkasista 35 % pienempiä kuin $2 \mu\text{m}$)	0	100	0	30	0
hienojakoinen luonnon kalsiumkarbonaatti (hiukkasista 80 % pienempiä kuin $2 \mu\text{m}$)	0	0	100	0	30
Na-polyakryylaatti (dispergointiaine)	0,3	0,4	0,4	0,4	0,4
styreeniakryylaatti-lateksi	12	12	12	12	12
<u>B/ - Saadun sivellyn paperin pintapaino, g/m^2</u>	92	92	92	92	92
<u>Tappi - kiilto, %</u>	62	19	56	38	60
<u>painokiilto, kun painoväriä $1,2 \text{ g/m}^2$, %</u>	80	25	77	59	79

Kiillon parantamiseksi tunnetaan menetelmiä, joissa käytetään sivelymassassa suurempia pigmenttikonsentraatioita (näitä kutsutaan menetelmiksi, joissa on korkeampi kuiva-ainekonsentraatio, eli HCS-menetelmiksi). Tällöin käytetään pienimpänä konsentraationa 70 % pigmenttiä sivelymassassa. Näillä HCS-menetelmillä on kuitenkin tiettyjä vaikeuksia sivelymassojen virtausominaisuksien suhteen, koska niiden viskositeetit ovat korkeita.

Pigmentin virtaavuus on monien tekijöiden (dispergointimenetelmä, dispergointiaineen laatu ja määrä) funktio ja erityisesti pigmentin rakenneominaisuksien ja raekoon jakaantumafunktio.

Kaoliinin lamellimaisen rakenteen vuoksi suurissa pigmenttikonsentraatioissa ei päästää alhaisiin viskositeetteihin. Tämä vaikeus tulee suuremmaksi, mitä suurempi on kaoliinihiukkasten pinta/paksuussuhde. Sen vuoksi kaoliinia, kun sitä käytetään ainoana pigmenttinä, ei voida käyttää sivelymassassa yli 66 % konsentraatioissa, koska sillä on huono virtaavuus ja koska sen levityksessä terän alla esiintyy vaikeuksia. Lisäksi todettakoon, että kiillon parantaminen tällaisissa konsentraatioissa voidaan käytännöllisesti katsoen jättää pois ja että kaoliinilla tavallisissa konsentraatioissa (57 - 60 %) on käytännöllisesti katsoen antaa niin suuren kiillon kuin mahdolista.

Saostetulla kalsiumkarbonaatilla, jonka hiukkast ovat muodostuneet pienistä sauvoista, virtaavuus riippuu oleellisesti dispersiosta. Saostettua kalsiumkarbonaattia, joka paperinsivelymassoissa käytöö varten on riittävän hienoa, ei saa dispergoida sivelymassaan konsentraatiossa, joka on suurempi kuin 60 % kuiva-ainetta.

Tilanne on toisenlainen luonnon kalsiumkarbonaatilla riippumatta sen laadusta (kalkkisälpä, liitu, marmori). Näiden pigmenttien romboedrirakenne mahdollistaa suuren kuiva-ainekonsentraation vedessä. Ne jakautuvat pienempiin vesimääriin verrattuna rakenteeltaan lamellimaiseen pigmenttiin (akaoliini) tai pigmenttiin, joka on pieninä sauvoina (saostettu karbonaatti), ja tarkemmin sanottuna vieläpä pienempään määrään dispergointiainetta.

Siten on mahdollista saavuttaa vedessä suhteellisen stabileja pigmenttikonsentraatioita, jotka ovat suuruusluokkaa 75 - 78 %. Sivelymassoille on ehdottoman välttämätöntä, että luonnon kalsiumkarbonaatin vesipitoisilla suspensioilla päästäään korkeaan kuiva-ainekonsentraatioon (76 %). Jotta saataisiin sivelymassa, jolla on minimaalinen 70 % kuiva-ainekonsentraatio (HCS-menetelmä), täytyy pigmenttisuspension kuiva-ainekonsentraation olla vähintään 76 %.

Vertailemalla tuloksia, jotka on saavutettu kahdella HCS-menetelmällä valmistetulla sivelymassalla, jotka sisälsivät ainoana pigmenttinä toisaalta kaoliinia ja toisaalta erittäin hienoa luonnon kalsiumkarbonaattia (hiukkasista 90 % pienempiä kuin 2 μm), havaitaan karbonaatilla aina saatavan alhaiseman kiillon.

63614

Seuraavassa taulukossa 3 on verrattu kaloliinia ja kumpaakin ainoana pigmenttinä HCS-menetelmässä käytettyä luonnon kalsiumkarbonaattia.

Sivelymassa sisälsi 100 paino-osaa pigmenttiä kohti 14 paino-osaa styreeniakrylaatti-lateksia ja 0,5 paino-osaa dispergointiainetta, mutta sivelymassojen konsentraatiot olivat: 64 % kaoliinin tapauksessa (tämän pigmentin käytännössä suurin sallittu arvo) ja 70 % luonnon kalsiumkarbonaatin tapauksessa.

Taulukko 3

	Kaoliini		Kalsiumkarbonaatti			
A/ - <u>Pigmentin ja sivelymassojen ominaisuudet</u> % hiukkasista pienempiä kuin 2 μm 1 μm	75 55		90 52		70 28	
Pigmentti (paino-osaa sivelymassassa) kaoliini luonnon CaCO_3	100 0		0 100		0 100	
Sivelymassan konsentraatio (%)	58	64	58	70	58	70
B/ - <u>Sivellyn paperin ominaisuudet</u> Tappi-kiilto (75° - 75°), % sen jälkeen, kun tasapainoitettu 50 % suhteellisessa ilmankosteudessa ja $+23^\circ\text{C}$:ssa superkalanteri: 10 valssia 200 m/min viivapaine 1470 N/cm valssin lämpötila, 60°C	51	53	31	45	24	37
Tappi-painokiilto, % tasapainoittamisen jälkeen (kts. edellä) levitysmäärä: 1,2 g/ m^2 , punainen	67	68	55	62	45	50

Sivellyn paperin kiillon suhteen osoittavat tunnetut menetelmät yhteenä siten, että

- 1) tavallisessa sivelymassassa (kuiva-aine 58 - 60 %) kaoliinilla saadaan paremmat tulokset kuin luonnon kalsiumkarbonaattilla tai muilla teollisilla pigmenteillä (satiinivalkoinen, saostettu kalsiumkarbonaatti, jne.) riippumatta pigmentin hienoudesta,
- 2) HCS-menetelmässä kaoliinin käyttö on rajoitettu alle 66 % konsentraatioihin ja tavallinen tai erittäin hieno kalsiumkarbonaatti (hiukkasista 90 % asti pienempiä kuin 2 μm) antaa huonompia tuloksia kuin mitä kaoliinilla saadaan HCS-menetelmässä.

Annetut, S R Dennison'in vetämät johtopäätökset näyttävät siten tulleen täysinvahvistetuksi riippumatta käytetystä päälystysmenetelmästä.

Patentijulkaisusta DE-OS 28 08 425 tunnetaan jo mineraalitäyteaineita, joita haitoitta voidaan käyttää "high-solid-coatings"-massoissa. Näille mineraalitäyteaineille on tunnusomaista se, että ne työstetään hiukkaskoon mukaan jauhamalla tai lajittelemalla ja että ne eivät sisällä lainkaan, joka tapauksessa niin vähän kuin mahdollista, mutta enintään 15 painoprosenttia hiukkaisa, joiden vastaava pallohalkaisija on pienempi kuin 0,2 μm . Tässä patentijulkaisussa DE-OS suositellaan mineraalitäyteaineeksi erityisesti saostettua kalsiumkarbonaattia, dolomiittia, kaoliinia, talkkia, bariumsulfaattia ja/tai kvartsia. Tämän DE-OS 28 08 425 julkaisun mukaan erityisen sopivia ovat täyteaineet, jotka eivät sisällä enempää kuin 8 painoprosenttia hiukkasia, joiden vastaava pallohalkaisija on pienempi kuin 0,2 μm , joilla aineilla on yläjae, jonka vastaava pallohalkaisija on 2 - 3 μm , ja jotka aineet sisältävät 80 - 95 painoprosenttia hiukkasia, joiden vastaava pallohalkaisija on pienempi kuin 1 μm .

Oheisen keksinnön tavoitteena on saada aikaan täysin määrätyt "high-solid-coating", jolla saadaan siveltyä paperia, jolla on erityisen suuri kiilto, nimittäin kiilto, joka on sama tai korkeampi kuin mitä voidaan saavuttaa sivelykaoliinilla.

Pitkien ja laajojen sarjakokeiden jälkeen on nyttemmin keksinnön mukaisesti todettu, että tähän tavoitteeseen yllättäen päästääni sivellyn paperin sivelymassalla, jolla on korkea kuiva-ainekonsentraatio (high-solid-coating), ja joka sisältää ainoana pigmenttinä

tietyn osaskokojakauman omaavaa kalsiumkarbonaattia sekä sideaineena styreeniakryylaattilateksia, jolle on tunnusomaista se, että:

- a) kalsiumkarbonaatin konsentraatio vedessä on 79,3 painoprosenttia,
- b) kalsiumkarbonaatin pH vedessä on 9,5,
- c) kalsiumkarbonaatin granulometria on:

pienempien kuin 2 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 100

pienempien kuin 1 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 82,5

pienempien kuin 0,2 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 14

- d) sivelymassan konsentraatio on 72 painoprosenttia,
- e) se sisältää styreeniakryylaatti-lateksista muodostuvaa synteettistä sideainetta 12 paino-osaa laskettuna kuivana per 100 paino-osaa kalsiumkarbonaattia.

• eksinnön mukaisesti päästään tavoitteeseen myös sivellyn paperin sivelymassalla, jolle on tunnusomaista:

- a) se sisältää ainoana luonnon pigmenttinä luonnon karbonaattia,
- b) käytetyn kalsiumkarbonaatin konsentraatio vedessä on 79,3 painoprosenttia,
- c) kalsiumkarbonaatin pH vedessä on 9,5
- d) kalsiumkarbonaatin granulometriset ominaisuudet ovat:

yläjae 2 μm

pienempien kuin 2 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 100

pienempien kuin 1 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 73

pienempien kuin 0,5 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 30

pienempien kuin 0,2 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 14

- e) sivelymassan konsentraatio on 72 painoprosenttia,

• f) kalsiumkarbonaatin ominaispinta-ala on $17 \text{ m}^2/\text{g}$.

Luonnon kalsiumkarbonaatti, jota tulee käyttää eksinnön mukaisesti, voi olla alkuperältään erilaista, jolloin kummassakin lähtömassassa tulokset ovat oleellisesti identtiset. Kysymys voi esimerkiksi olla liidusta (kalkkipitoinen kokoliitti), kalkkisälvästä (kiteinen rakenne) tai valkoisesta marmorista, jollon kaikki nämä materiaalit on hajoitettu niin, että ne täyttävät annetut tuntomerkit. Samoin on tärkeää, että näiden materiaalien pienin CaCO_3 -pitoisuus on yli 98,5 %, jotta mahdollisesti esiintyvät epäpuhtaudet eivät hait-

taisi tämän pigmentin vaikutusta.

Annetut perusmateriaalit voivat esiintyä kuivina, esimerkiksi jauheena, jolla on mainitut tuntomerkit ja joka ennen itse sivelymassan valmistusta tehdään vesipitoiseksi liuokseksi tavanomaisten aineiden avulla ja tavallaisen apuaineiden läsnäollessa.

Voidaan myös lähteä jo tunnetunlaatuista suspensioista, jotka on sakeutettu hahduttamalla HCS-menetelmässä tarvitun korkeamman konsentraation saavuttamiseksi.

Oheisen "high-solid-coating"-massan tärkeä etu on, että suuret energiasäästöt ovat mahdollisia kuivauksessa ja että sideainetta tarvitaan vähemmän. Mitä tulee kuivaukseen tarvittavaan energiaan, asiantila on niin, että jos sivelymassan 58 % konsentraatiosta siirrytään 72 % konsentraatioon, kuivauksessa säästetään lähes kolmasosa energiatarpeesta huopautuslaitteessa.

Mitä tulee sideaineen tarpeeseen, siihen vaikuttavat eri tekijät, esimerkiksi pigmentin raesuuruuden jakaantuma (granulometria) ja sideaineen tunkeutuminen siveltyyn paperiin. Mitä taas tulee pigmenttien päälystyystämiseen, niin sideaineen tarve on yleisesti hiukkasten keskihalkaisijan funktio. Oheinen koostumus varmistaa hyvän virtauskyvyn ja mahdollisimman pienen sideaineen tarpeen.

Oheisen keksinnön mukainen, luonnon kalsiumkarbonaatin muodossa oleva ainoa pigmentti antaa paremmat ominaisuudet kuin kaoliini kosteuden uuton suhteen. Tämä osoittaa, että tällaisella karbonaatilla sideaineen tarve on pienempi kuin päälystyksessä käytetyn kaoliinilla.

HCS-menetelmässä, jossa käytetään oheista koostumusta, on lopuksi sivelymassassa vähemmän vettä (enintään 30 %), jolloin nopeampi kuvuminen huomioonottaan sideaine tunkeutuu huonommin, mikä on hyväksi sivellyn paperin painettavuudelle.

Oheista keksintöä havainnollistetaan lähemmin seuraavissa esimerkeissä, joissa osat ja prosenttimäärät tarkoittavat paino-osia ja vastaavasti painoprosentteja.

Esimerkki 1 (keksinnön mukainen).

Luonnon kalsiumkarbonaatin (liitu) vesipitoista suspensiota (liete), jonka kuiva-aineepitoisuus on 64 %, hahdutetaan kaksivaippaisessa "DeliSel"-hahduttimessa niin kauan, että pigmenttikonsentraatiaksi saadaan 79,3 %. Lisätään 0,40 osaa akryylylidispergointiainetta (per 100 osaa karbonaattia) ja homogenisoinnin jälkeen mitataan Brookfield-viskositeetti nopeudella 100 r/min. Viskositeetti on 850 mPas ja pH 9,5.

Tämän jälkeen lisätään styreeniakryylaatti-lateksista ("Latex Acronal S 360 D") muodostuvaan synteettistä sideainetta 12 paino-osaa (kuivana) per 100 paino-osaa kalsiumkarbonaattia ja tarpeen mukaan pienehkö määrä vettä niin, että sivelymassan lopulliseksi konsentraatiaksi saadaan 72 %. Massan viskositeetti on 760 mPas.

Päälystäminen (sively) tapahtuu esimerkissä 2 kuvatuissa olosuhteissa määrän ollessa $16,8 \text{ g/m}^2$. Tämän jälkeen määritetään saadun tuotteen kiilto.

Kiilloksi saadaan yllättäen 66 % (mitattu Tappi-menetelmällä, säteilyn tulo- ja lähtökulmat 75° , käytettiin "Gardner"-laitetta).

Ammattimiehet voivat ilman muuta valmistaa sivelymassan annetun koostumuksen avulla.

Sivellyn paperin valmistamiseen tarkoitettu oheinen sivelymassa valmistetaan esimerkiksi seuraavalla tavalla:

79,3-prosenttinen kalsiumkarbonaattiliite tuodaan pikasekoittimeen, minkä jälkeen lisätään (sirottelemalla) sakeutinta, esimerkiksi karboksimetyyliselluloosaa, ja tämän jälkeen styreeniakryylaattisideainetta, mahdollisesti yhdessä optisen valkkisuaineen kanssa, ja lopuksi pH säädetään natriumhydroksidin tai ammoniumhydroksidin avulla arvoon 9,5. Sekoitetaan noin 10 minuuttia kierrosnopeudella 1300 r/min, jolloin saadaan sivelytahdas, jonka viskositeetti on 300 mPas.

Esimerkki 2 (vertailuesimerkki).

63614

100 paino-osasta kaoliinia ("Dinkie A") valmistetaan kuiva-aineepitoisudeltaan 70-prosenttinen vesipitoinen suspensio, kun mukana on 0,22 osaa dispergointiaainetta. pH-arvo nostetaan arvosta 6,8 arvoon 7,2 lisäämällä noin 2,5 ml soodaa per kg kaoliinia. Turbiinityyppisessä "Rainery"-pikasekoittimessa, 1300 r/min käsittelyn jälkeen suspension Brookfield-viskositeetti on 300 mPas, mitattu nopeudella 100 r/min.

Lisäksi lisätään 12 osaa "Acronal S 360 D"-lateksia, jolloin pigmenttipitoisuus laskee 65 %:iin, so. kaoliinisivelymassan rajakonsentraatioon. Massan viskositeetti on tällöin 550 mPas.

Tämän jälkeen päälystetään laahavalla veitsellä ("Trailing-Blade") varustetulla "Keegan"-huopautuslaitteella, jolloin veitsen terä on 45° kulmassa päälystysvalssiin nähdyn. Paine säädetään sitten, että saadaan 16,6 g/m² painoinen kerros. Tämän jälkeen sivelty paperi tasapainoitetaan 48 tuntia 20°C:ssa ja 65 % suhteellisessa ilmankosteudessa; tämän jälkeen johdetaan paperi viisi kertaa ympäristön lämpötilassa olevan kalanterin läpi viivapaineella 1325 N/cm.

Sen jälkeen, kun paperia on vielä pidetty 24 tuntia samoissa olosuhteissa kuin edellä, määritetään paperin kiilto fotovoltilaitteella 75° kulmassa. Annetut tulokset ovat kahden mittauksen keskiarvoja, kun toinen mittaus suoritettiin paperin pituussuunnassa ja toinen poikittaissuunnassa.

Saadut tulokset on esitetty seuraavassa taulukossa 4:

63614

Taulukko 4

Pigmentti	Kaoliini	Oheinen kalsium-karbonaatti (liitu)
Pigmenttikonsentraatio vedessä, %	70	79,3
Pigmentin pH vedessä	6,8	9,5
Pigmentin granulometria:		
% hiukkasista < 2 μm	75	100
% hiukkasista < 1 μm		82,5
% hiukkasista < 0,2 μm		14
Sivelymassan konsentraatio, %	65	72
Sivellyn paperin kiilto, %	58,5	66

Taulukko osoittaa selvästi, että käytettäessä HCS-menetelmää oheinen koostumus, joka ainoana pigmenttinä sisältää luonnon kalsiumkarbonaattia, jonka raekoon jakaantuma (granulometria) vastaa keksintöä, antaa paremman kiillon kuin tavallinen kaoliini.

Analogisella tavalla valmistettiin muita keksinnön mukaisia sivelymassoja ja niiden kiilto määritettiin samalla tavoin ja sitä verrattiin kaoliinin. Tulokset on esitetty seuraavassa taulukossa 5.

Taulukko 5

Pigmentti	Kaoliini	Oheinen kalsium-karbonaatti (liitu)
Pigmentin konsentraatio vedessä, %	70	79,3
Pigmentin pH vedessä	6,8	9,5
Pigmentin granulometria: yläjae, μm		
% hiukkasista $< 2 \mu\text{m}$	75	2
% hiukkasista $< 1 \mu\text{m}$		100
% hiukkasista $< 0,5 \mu\text{m}$		73
% hiukkasista $< 0,2 \mu\text{m}$		30
		14
Sivelymassan konsentraatio, %	65	72
Pigmentin ominaispinta-ala, m^2/g	17	17
Sivelymassan kiilto, %	58,5	63,5

Taulukko osoittaa selvästi, että käytettäessä HCS-menetelmää toinen keksinnön mukainen koostumus, joka ainoana pigmenttinä sisältää luonnon kalsiumkarbonaattia, jonka granulometria vastaa keksintöä, antaa paremman kiillon kuin tavallinen kaoliini.

Patenttivaatimukset

1. Sivellyn paperin valmistamiseen tarkoitettu sivelymassa, jolla on korkea kuiva-aineekonsentraatio (high-solid-coating), ja joka sisältää ainoana pigmenttinä tietyn osaskokojauman omaavaa kalsiumkarbonaattia sekä sideaineena styreenikrylaattilateksia, tunnettu siitä, että:
 - a) kalsiumkarbonaatin konsentraatio vedessä on 79,3 painoprosenttia,
 - b) kalsiumkarbonaatin pH vedessä on 9,5,
 - c) kalsiumkarbonaatin granulometria on:
pienempien kuin 2 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 100
pienempien kuin 1 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 82,5
pienempien kuin 0,2 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 14
 - d) sivelymassan konsentraatio on 72 painoprosenttia,
 - e) se sisältää styreenikrylaatti-lateksista muodostuvaa synteettistä sideainetta 12 paino-osaa laskettuna kuivana per 100 paino-osaa kalsiumkarbonaattia.
2. Sivellyn paperin valmistamiseen tarkoitettu sivelymassa, jolla on korkea kuiva-aineekonsentraatio (high-solid-coating), tunnettu siitä, että
 - a) se sisältää ainoana luonnon pigmenttinä luonnon karbonaattia,
 - b) käytetyn kalsiumkarbonaatin konsentraatio vedessä on 79,3 painoprosenttia,
 - c) kalsiumkarbonaatin pH vedessä on 9,5
 - d) kalsiumkarbonaatin granulometriset ominaisuudet ovat:
yläjae 2 μm
pienempien kuin 2 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 100
pienempien kuin 1 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 73
pienempien kuin 0,5 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 30
pienempien kuin 0,2 μm hiukkasten määrä painoprosenteissa = 14
 - e) sivelymassan konsentraatio on 72 painoprosenttia,
 - f) kalsiumkarbonaatin ominaispinta-ala on 17 m^2/g .
3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen sivelymassa, tunnettu siitä, että luonnon kalsiumkarbonaattina käytetään liitua.

1. Bestrykningsmassa avsedd för framställning av bestrukет papper, vilken har en hög torrämneskonzcentration (high-solid-coating), och vilken som enda pigment innehåller kalciumkarbonat med en viss kornstorleksfördelning och som bindemedel styrenakrylatlatex, kännetecknad därav, att:

- a) kalciumkarbonatets koncentration i vatten är 79,3 viktprocent,
- b) kalciumkarbonatets pH i vatten är 9,5,
- c) kalciumkarbonatets granulometri är:

mängden i viktprocent av partiklar mindre än $2 \mu\text{m}$ = 100

mängden i viktprocent av partiklar mindre än $1 \mu\text{m}$ = 82,5

mängden i viktprocent av partiklar mindre än $0,2 \mu\text{m}$ = 14

- d) bestrykningsmassans koncentration är 72 viktprocent
- e) den innehåller av styrenakrylatlatex bestående syntetiskt bindemedel 12 viktdelar räknat torrt per 100 viktdelar kalciumkarbonat.

2. Bestrykningsmassa avsedd för framställning av bestrukет papper, vilken har en hög torrämneskonzcentration (high-solid-coating), kännetecknad därav, att

- a) den som enda naturliga pigment innehåller naturligt karbonat,
- b) det använda kalciumkarbonatets koncentration i vatten är 79,3 viktprocent,
- c) kalciumkarbonatets pH i vatten är 9,5
- d) kalciumkarbonatets granulometriska egenskaper är:

översta fraktionen $2 \mu\text{m}$

mängden i viktprocent av partiklar mindre än $2 \mu\text{m}$ = 100

mängden i viktprocent av partiklar mindre än $1 \mu\text{m}$ = 73

mängden i viktprocent av partiklar mindre än $0,5 \mu\text{m}$ = 30

mängden i viktprocent av partiklar mindre än $0,2 \mu\text{m}$ = 14

- e) bestrykningsmassans koncentration är 72 viktprocent

f) kalciumkarbonatets specifika ytarea är $17 \text{ m}^2/\text{g}$.

3. Bestrykningsmassa enligt patentkraven 1 eller 2, kännetecknad därav, att som naturlig kalciumkarbonat används krita.

Viitejulkaisuja-Anfördta publikationer

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: Suomi-Finland(FI) 47 799 (D 21 H 1/22). USA(US) 3 578 493 (D 21 H 1/28).